

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001 年 11 月 8 日 (08.11.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/83595 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C08J 3/22, (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 帝人化成株式会社 (TEIJIN CHEMICALS, LTD.) [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP01/03731
- (22) 国際出願日: 2001 年 4 月 27 日 (27.04.2001) (72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 坂本昭浩 (SAKAMOTO, Akihiro) [JP/JP]. 二宮秀雄 (NINOMIYA, Hideo) [JP/JP]. 清水久賀 (SHIMIZU, Hisayoshi) [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 帝人化成株式会社内 Tokyo (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ: (74) 代理人: 弁理士 大島正幸 (OHSHIMA, Masataka); 〒160-0004 東京都新宿区四谷四丁目3番地 福屋ビル 大島特許事務所 Tokyo (JP).
- | | | |
|---------------|------------------------------|----|
| 特願2000-130019 | 2000 年 4 月 28 日 (28.04.2000) | JP |
| 特願2000-130022 | 2000 年 4 月 28 日 (28.04.2000) | JP |
| 特願2000-130024 | 2000 年 4 月 28 日 (28.04.2000) | JP |
| 特願2000-130027 | 2000 年 4 月 28 日 (28.04.2000) | JP |
- (81) 指定国 (国内): US.

[続葉有]

(54) Title: COLORED MASTER PELLETS FOR OPTICAL MOLDINGS AND COLORED OPTICAL DISK SUBSTRATE

(54) 発明の名称: 光学成形品用着色マスターペレットおよび着色された光ディスク基板

(57) Abstract: A blend of colored master pellets for an optical moldings formed from a colored composition comprising a transparent thermoplastic resin (A component) containing a colorant (B component), wherein, when a concentration of the colorant in each pellet is represented by the absorbance of the pellet and the average value of the absorbances of the pellets is represented by X, the number of the pellets having a concentration of the colorant in the range of 0.5X to 1.5X accounts for at least 90 % of the total number of the pellets. The blend of colored master pellets shows a markedly small variation in the concentrations of a colorant in individual pellets, and thus can be suitably used for producing optical moldings such as an optical disk which are remarkably reduced in the occurrence of color shading or color lines.

(57) 要約:

着色剤 (B成分) を含有する透明な熱可塑性樹脂 (A成分) よりなる着色組成物より形成された着色マスターペレットであって、個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表して、その平均値をXとしたとき、0.5X~1.5Xの範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数の割合が少なくとも90%である光学成形品のための着色マスターペレット。

本発明の着色マスターペレットは、個々のペレット間における着色剤の濃度のバラツキが極めて少なく、このマスターペレットの使用により、色ムラおよび色スジの発生が極めて少なくかつ電気特性の良好な光ディスクのような光学成形品を得るのに好適である。



(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開 類:

— 国際調査報告書

明 細 書

光学成形品用着色マスターペレットおよび着色された光ディスク基板

5 発明の詳細な説明

発明の属する技術分野

本発明は、着色された光学成形品を得るための着色マスターペレットに関するものである。さらに詳しくは意匠性に優れ、且つその種類や用途を瞬時に判断することができる着色された光学成形品を得るための着色マスターペレットに関する。すなわち退色現象、色ムラおよび色スジが少なく、その上電気特性（例えば情報の書き込みおよび読み取り特性）の優れた着色した光学成形品を得ることが可能な着色マスターペレットに関する。

本明細書において、“着色マスターペレット”とは、着色剤を含有するペレットであって、透明（着色剤を含有しない）ペレットと混合して熔融成形し、着色光学成形品を得るためのペレットを意味する。従って着色マスターペレットは、それ自体を熔融成形して着色光学成形品を得る目的のためには使用されない。また“着色マスター組成物”とは、着色剤を含有する樹脂組成物であって、着色マスターペレットの成形に使用される樹脂組成物をいう。

さらに“全着ペレット”とは、着色剤を含むペレットであって、それ自体を熔融成形して（透明ペレットと混合しないで熔融成形して）着色光学成形品を得るために使用するペレットをいう。

従来の技術

従来光記録媒体に着色を行う方法としては、全着ペレットを用いた特開平1-102505号公報には、特定染料からなるオレンジ色の光記録媒体が、特開平2-33742号公報および特開平8-124212号公報には黒色の光記録媒体が提案されている。また、特開平7-262606号公報には、極低濃度の着色マスターペレットを用いた着色光ディスクが提案されている。ここで“極低濃

度”とは、着色剤の含有割合が極めて少ない濃度を意味する。

一方、特公平6-18890号公報にはペレット中の微粉末量をコントロールすることで光ディスク製造時のシルバー発生を抑える方法が記載されている。また、特開平11-342510号公報には微粉末含量の少ないペレットを用いた

5 光ディスクの電気特性が良好であることが記載されている。

しかしながら、光学用成形品を得るための着色濃度が比較的高い着色マスターペレットでは、透明ペレット、全着ペレットや極低濃度の着色マスターペレットより着色ペレットの分級および微粉末の影響が大きく、透明ペレットと混合して光ディスク等の光学用成形品を成形した時、退色現象、色ムラおよび色スジの発生、電気特性の低下等が起こる新たな課題が発生した。

10

一方、上記公報記載の透明ペレット、全着ペレットや極低濃度の着色マスターペレットでは、着色マスターペレット化による上記課題を解決するには十分なものではなかった。

15 発明が解決しようとする課題

本発明は、意匠性に優れ、且つその種類、用途などが瞬時に判断しうる着色光ディスク基板等の光学成形品を成形した際に退色現象、色ムラ、色スジ等が少なく、また電気特性の良好な着色光学成形品を得ることができる着色マスターペレットに関する。特にレーザー光によって光学的に情報信号の読み取りを行う光ディスクを得るのに適した着色マスターペレットを提供することを目的とするものである。本発明者らはかかる目的を達成するため鋭意研究した結果、特定の要件を満足する着色マスターペレットが本発明の目的を達成できるものであることを見出し、本発明を完成するに至った。

20

すなわち、本発明者らの研究によれば、着色マスターペレットを透明ペレットと混合して熔融成形し光学成形品を製造した場合、色ムラおよび色スジの発生の原因並びに情報信号の書き込みと読み取りの信頼性の低下の原因について解析した。その結果、着色マスターペレット中の個々のペレットにおける着色剤の濃度のバラツキが1つの原因であることおよびその個々のペレットにおける着色剤の

25

濃度のバラツキを一定水準以下とすることにより、色ムラおよび色スジの発生が極めて抑制でき、かつ情報信号の書き込みと読み取りの信頼性が高度に保持された着色光学成形品が得られることが判明した。

- さらに本発明者らの研究によれば、個々のペレット間の着色剤の濃度のバラツ
- 5 キを一定水準以下とした着色マスターペレットを得るとともに、さらに下記
- (1)～(2)の要件のいずれかを満足する着色マスターペレットは、着色光学成形品、殊に着色光ディスク基板を得るための極めて優れた特性を有することが判明した。

- (1) ペレットの所望する形状よりも、粒径が2.0mm以下、特に1.0mm
- 10 以下の小さい形状の粉体の含有量が一定割合以下であること。
- (2) ペレット中に包含される異物の個数が少ないこと。

課題を解決するための手段

- 本発明は、前記知見に基いて到達されたものであり、本発明によれば、着色剤
- 15 (B成分)を含有する透明な熱可塑性樹脂(A成分)よりなる着色組成物より形成された着色マスターペレットであって、個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表して、その平均値をXとしたとき、0.5X～1.5Xの範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数の割合が少なくとも90%である光学成形品のための着色マスターペレットが提供される。

- 20 本発明でいう光学成形品とは、レンズ、光カード、光ファイバー、光ディスク等であり、特に光ディスクが好適である。かかる光ディスクとは、いわゆるレーザ光の照射により情報の記録・再生をおこなう光ディスクである。具体的な例としては、デジタルオーディオディスク(いわゆるコンパクトディスク：CD)、CD-ROM、光学式ビデオディスク(いわゆるレーザディスク)やDVD-ROM、デジタルビデオディスク(DVD-video)、DVD-R、CD-R、
- 25 MO、MD-MO、PD、DVD-RAM等の各種再生専用型ディスク、追記型ディスク、光磁気ディスク、相変化ディスク等が実用化されている。本発明の着色マスターペレットは、特にDVD-ROM、DVD-video、DVD-R、

DVD-RAM等で代表される高密度光ディスクであるデジタルバーサタイルディスクの製造に有用であり適している。さらにCD-RおよびDVD-Rに最も好適である。

- 本発明のA成分である熱可塑性樹脂としては、芳香族ポリカーボネート樹脂、
- 5 非晶性ポリオレフィン樹脂、アクリル樹脂、水添ポリスチレン樹脂、非晶性ポリエステル樹脂、非晶性ポリアリレート樹脂などから選択される熱可塑性樹脂を好ましく挙げることができ、より好ましくは芳香族ポリカーボネート樹脂、または非晶性ポリオレフィン樹脂である。非晶性ポリオレフィン樹脂としては、三井化学(株)製のAPO樹脂、JSR(株)製のアトーン、日本ゼオン(株)製のゼ
- 10 オネックス、ゼオノア、ダウ社のHPS樹脂等を挙げることができる。特に芳香族ポリカーボネート樹脂が好ましい。

- 以下に本発明のA成分として好適な芳香族ポリカーボネート樹脂の詳細について説明する。本発明で使用する芳香族ポリカーボネート樹脂とは、通常二価フェノールとカーボネート前駆体とを界面重縮合法、熔融エステル交換法で反応させて得られたものの他、カーボネートプレポリマーを固相エステル交換法により重
- 15 合させたもの、または環状カーボネート化合物の開環重合法により重合させて得られるものである。

- ここで使用される二価フェノールの代表的な例としては、ハイドロキノン、レゾルシノール、4, 4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス(4-ヒドロキシフェ
- 20 ニル)メタン、ビス{(4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチル)フェニル}メタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(通称ビスフェノールA)、2, 2-ビス{(4-ヒドロキシ-3-メチル)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(4-ヒドロキシ-3, 5-ジメチル)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(3-イソプロピル-4-ヒドロキシ)フェニル}プロパン、2, 2-ビス{(4-ヒドロキシ-3-フェニル)フェニル}プロパン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3-メチルブタン、2, 2-ビス(4-ヒド
- 25

ロキシフェニル) - 3, 3-ジメチルブタン、2, 4-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 2-メチルブタン、2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) ペンタン、2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 4-メチルペンタン、1, 1-ビス (4-ヒドロキシフェニル) シクロヘキサン、1, 1-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 4-イソプロピルシクロヘキサン、1, 1-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサン、9, 9-ビス (4-ヒドロキシフェニル) フルオレン、9, 9-ビス {(4-ヒドロキシ-3-メチル) フェニル} フルオレン、 α , α' -ビス (4-ヒドロキシフェニル) - *o*-ジイソプロピルベンゼン、 α , α' -ビス (4-ヒドロキシフェニル) - *m*-ジイソプロピルベンゼン、 α , α' -ビス (4-ヒドロキシフェニル) - *p*-ジイソプロピルベンゼン、1, 3-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 5, 7-ジメチルアダマンタン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルホキシド、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルスルフィド、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルケトン、4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエーテルおよび4, 4'-ジヒドロキシジフェニルエステル等が挙げられ、これらは単独または2種以上を混合して使用できる。

なかでもビスフェノールA、2, 2-ビス {(4-ヒドロキシ-3-メチル) フェニル} プロパン、2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) ブタン、2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 3-メチルブタン、2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 3, 3-ジメチルブタン、2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 4-メチルペンタン、1, 1-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサンおよび α , α' -ビス (4-ヒドロキシフェニル) - *m*-ジイソプロピルベンゼンからなる群より選ばれた少なくとも1種のビスフェノールより得られる単独重合体または共重合体が好ましく、特に、ビスフェノールAの単独重合体および1, 1-ビス (4-ヒドロキシフェニル) - 3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサンとビスフェノールA、2, 2-ビス {(4-ヒドロキシ-3-メチル) フェニル} プロパンまたは α , α' -ビス (4-ヒドロキシフェニル) - *m*-ジイソプロピルベンゼンとの共重合体が好ま

しく使用され、特にビスフェノールAの単独重合体、または1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3, 3, 5-トリメチルシクロヘキサンの α , α' -ビス(4-ヒドロキシフェニル)-m-ジイソプロピルベンゼンとの共重合体が好ましい。

- 5 カーボネート前駆体としてはカルボニルハライド、カーボネートエステルまたはハロホルメート等が使用され、具体的にはホスゲン、ジフェニルカーボネートまたは二価フェノールのジハロホルメート等が挙げられる。

上記二価フェノールとカーボネート前駆体を界面重縮合法または溶融エステル交換法によって反応させてポリカーボネート樹脂を製造するに当っては、必要に
10 応じて触媒、末端停止剤、二価フェノールの酸化防止剤等を使用してもよい。またポリカーボネート樹脂は三官能以上の多官能性芳香族化合物を共重合した分岐ポリカーボネート樹脂であっても、芳香族または脂肪族の二官能性カルボン酸を共重合したポリエステルカーボネート樹脂であってもよく、また、得られたポリカーボネート樹脂の2種以上を混合した混合物であってもよい。

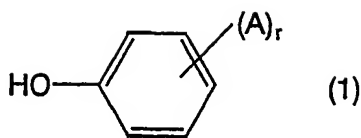
- 15 三官能以上の多官能性芳香族化合物としては、フロログルシン、フロログルシド、または4, 6-ジメチル-2, 4, 6-トリス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプテン-2、2, 4, 6-トリメチル-2, 4, 6-トリス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン、1, 3, 5-トリス(4-ヒドロキシフェニル)ベンゼン、1, 1, 1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1, 1-トリス
20 (3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)エタン、2, 6-ビス(2-ヒドロキシ-5-メチルベンジル)-4-メチルフェノール、4-{4-[1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エチル]ベンゼン}- α , α -ジメチルベンジルフェノール等のトリスフェノール、テトラ(4-ヒドロキシフェニル)メタン、ビス(2, 4-ジヒドロキシフェニル)ケトン、1, 4-ビス(4, 4-ジ
25 ヒドロキシトリフェニルメチル)ベンゼン、またはトリメリット酸、ピロメリット酸、ベンゾフェノンテトラカルボン酸およびこれらの酸クロライド等が挙げられ、中でも1, 1, 1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1, 1-トリス(3, 5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)エタンが好ましく、特

に1, 1, 1-トリス(4-ヒドロキシフェニル)エタンが好ましい。

かかる分岐ポリカーボネート樹脂を生ずる多官能性化合物を含む場合、かかる割合は、芳香族ポリカーボネート全量中、0.001~1モル%、好ましくは0.005~0.5モル%、特に好ましくは0.01~0.3モル%である。また特
5 に溶融エステル交換法の場合、副反応として分岐構造が生ずる場合があるが、かかる分岐構造量についても、芳香族ポリカーボネート全量中、0.001~1モル%、好ましくは0.005~0.5モル%、特に好ましくは0.01~0.3モル%であるものが好ましい。なお、かかる割合については¹H-NMR測定により算出することが可能である。

10 界面重縮合法による反応は、通常二価フェノールとホスゲンとの反応であり、酸結合剤および有機溶媒の存在下に反応させる。酸結合剤としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物またはピリジン等のアミン化合物が用いられる。有機溶媒としては、例えば塩化メチレン、クロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素が用いられる。また、反応促進のために例えばトリ
15 エチルアミン、テトラ-*n*-ブチルアンモニウムブロマイド、テトラ-*n*-ブチルホスホニウムブロマイド等の第三級アミン、第四級アンモニウム化合物、第四級ホスホニウム化合物等の触媒を用いることもできる。その際、反応温度は通常0~40℃、反応時間は10分~5時間程度、反応中のpHは9以上に保つのが好ましい。

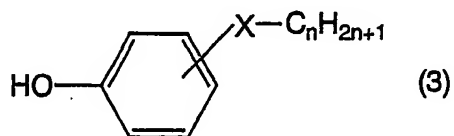
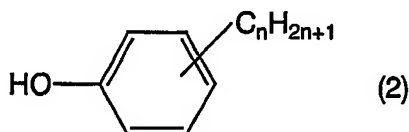
20 また、かかる重合反応において、通常末端停止剤が使用される。かかる末端停止剤として単官能フェノール類を使用することができる。単官能フェノール類は末端停止剤として分子量調節のために一般的に使用され、また得られたポリカーボネート樹脂は、末端が単官能フェノール類に基づく基によって封鎖されているので、そうでないものと比べて熱安定性に優れている。かかる単官能フェノール
25 類としては、一般にはフェノールまたは低級アルキル置換フェノールであって、下記一般式(1)で表される単官能フェノール類を示すことができる。



(式中、Aは水素原子または炭素数1～9の直鎖または分岐のアルキル基あるいはフェニル基置換アルキル基であり、rは1～5、好ましくは1～3の整数である。)

- 5 上記単官能フェノール類の具体例としては、例えばフェノール、p-tert-ブチルフェノール、p-クミルフェノールおよびイソオクチルフェノールが挙げられる。

- また、他の単官能フェノール類としては、長鎖のアルキル基あるいは脂肪族ポリエステル基を置換基として有するフェノール類または安息香酸クロライド類、
 10 もしくは長鎖のアルキルカルボン酸クロライド類も示すことができる。これらのなかでは、下記一般式(2)および(3)で表される長鎖のアルキル基を置換基として有するフェノール類が好ましく使用される。



- (式中、Xは-R-CO-O-または-R-O-CO-である、ここでRは単結合または炭素数1～10、好ましくは1～5の二価の脂肪族炭化水素基を示し、
 15 nは10～50の整数を示す。)

かかる一般式(2)の置換フェノール類としてはnが10～30、特に10～26のものが好ましく、その具体例としては例えばデシルフェノール、ドデシルフェノール、テトラデシルフェノール、ヘキサデシルフェノール、オクタデシル

フェノール、エイコシルフェノール、ドコシルフェノールおよびトリアコンチルフェノール等を挙げることができる。

また、一般式(3)の置換フェノール類としてはXが $-R-CO-O-$ であり、Rが単結合である化合物が適当であり、nが10～30、特に10～26のものが好適であって、その具体例としては例えばヒドロキシ安息香酸デシル、ヒドロキシ安息香酸ドデシル、ヒドロキシ安息香酸テトラデシル、ヒドロキシ安息香酸ヘキサデシル、ヒドロキシ安息香酸エイコシル、ヒドロキシ安息香酸ドコシルおよびヒドロキシ安息香酸トリアコンチルが挙げられる。

末端停止剤は、得られたポリカーボネート樹脂の全末端に対して少くとも5モル%、好ましくは少くとも10モル%末端に導入されることが望ましい。より好ましくは全末端に対して末端停止剤が80モル%以上導入されることが、すなわち二価フェノールに由来する末端の水酸基(OH基)が20モル%以下であることがより好ましく、特に好ましくは全末端に対して末端停止剤が90モル%以上導入されることが、すなわちOH基が10モル%以下の場合である。また、末端停止剤は単独でまたは2種以上混合して使用してもよい。

熔融エステル交換法による反応は、通常二価フェノールとカーボネートエステルとのエステル交換反応であり、不活性ガスの存在下に二価フェノールとカーボネートエステルとを加熱しながら混合して、生成するアルコールまたはフェノールを留出させる方法により行われる。反応温度は生成するアルコールまたはフェノールの沸点等により異なるが、通常120～350℃の範囲である。反応後期には系を $1.33 \times 10^{-3} \sim 13.3$ Pa程度に減圧して生成するアルコールまたはフェノールの留出を容易にさせる。反応時間は通常1～4時間程度である。

カーボネートエステルとしては、置換されていてもよい炭素数6～10のアリール基、アラルキル基あるいは炭素数1～4のアルキル基などのエステルが挙げられる。具体的にはジフェニルカーボネート、ビス(クロロフェニル)カーボネート、ジナフチルカーボネート、ビス(ジフェニル)カーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、ジブチルカーボネートなどが挙げられ、なかでもジフェニルカーボネートが好ましい。

- また、重合速度を速めるために重合触媒を用いることができ、かかる重合触媒としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、二価フェノールのナトリウム塩、カリウム塩等のアルカリ金属化合物、水酸化カルシウム、水酸化バリウム、水酸化マグネシウム等のアルカリ土類金属化合物、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド、5 テトラエチルアンモニウムヒドロキシド、トリメチルアミン、トリエチルアミン等の含窒素塩基性化合物、アルカリ金属やアルカリ土類金属のアルコキシド類、アルカリ金属やアルカリ土類金属の有機酸塩類、亜鉛化合物類、ホウ素化合物類、アルミニウム化合物類、珪素化合物類、ゲルマニウム化合物類、有機スズ化合物類、鉛化合物類、オスミウム化合物類、アンチモン化合物類、マンガン化合物類、10 チタン化合物類、ジルコニウム化合物類などの通常エステル化反応、エステル交換反応に使用される触媒を用いることができる。触媒は単独で使用してもよいし、2種以上を組み合わせ使用してもよい。これらの重合触媒の使用量は、原料の二価フェノール1モルに対し、好ましくは $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-3}$ 当量、より好ましくは $1 \times 10^{-7} \sim 5 \times 10^{-4}$ 当量の範囲で選ばれる。
- 15 また、かかる重合反応において、フェノール性の末端基を減少するために、重合反応の後期あるいは終了後に、例えばビス(クロロフェニル)カーボネート、ビス(プロモフェニル)カーボネート、ビス(ニトロフェニル)カーボネート、ビス(フェニルフェニル)カーボネート、クロロフェニルフェニルカーボネート、プロモフェニルフェニルカーボネート、ニトロフェニルフェニルカーボネート、20 フェニルフェニルカーボネート、メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートおよびエトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネート等の化合物を加えることが好ましい。なかでも2-クロロフェニルフェニルカーボネート、2-メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートおよび2-エトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートが好ましく、特に2-メトキシカルボニルフェニルフェニルカーボネートが好ましく使用される。25

さらにかかる重合反応において触媒の活性を中和する失活剤を用いることが好ましい。この失活剤の具体例としては、例えばベンゼンスルホン酸、p-トルエンスルホン酸、ベンゼンスルホン酸メチル、ベンゼンスルホン酸エチル、ベンゼ

- ンスルホン酸ブチル、ベンゼンスルホン酸オクチル、ベンゼンスルホン酸フェニル、p-トルエンスルホン酸メチル、p-トルエンスルホン酸エチル、p-トルエンスルホン酸ブチル、p-トルエンスルホン酸オクチル、p-トルエンスルホン酸フェニルなどのスルホン酸エステル；さらに、トリフルオロメタンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸、スルホン化ポリスチレン、アクリル酸メチル-スルホン化スチレン共重合体、ドデシルベンゼンスルホン酸-2-フェニル-2-ブロピル、ドデシルベンゼンスルホン酸-2-フェニル-2-ブチル、オクチルスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、デシルスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、ベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラエチルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラブチルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラヘキシルホスホニウム塩、ドデシルベンゼンスルホン酸テトラオクチルホスホニウム塩、デシルアンモニウムブチルサルフェート、デシルアンモニウムデシルサルフェート、ドデシルアンモニウムメチルサルフェート、ドデシルアンモニウムエチルサルフェート、ドデシルメチルアンモニウムメチルサルフェート、ドデシルジメチルアンモニウムテトラデシルサルフェート、テトラデシルジメチルアンモニウムメチルサルフェート、テトラメチルアンモニウムヘキシルサルフェート、デシルトリメチルアンモニウムヘキサデシルサルフェート、テトラブチルアンモニウムドデシルベンジルサルフェート、テトラエチルアンモニウムドデシルベンジルサルフェート、テトラメチルアンモニウムドデシルベンジルサルフェート等の化合物を挙げることができるが、これらに限定されない。これらの化合物を二種以上併用することもできる。

- 失活剤の中でもホスホニウム塩もしくはアンモニウム塩型のものが好ましい。かかる失活剤の量としては、残存する触媒1モルに対して0.5～50モルの割合で用いるのが好ましく、また重合後のポリカーボネート樹脂に対し、0.01～500ppmの割合、より好ましくは0.01～300ppm、特に好ましくは0.01～100ppmの割合で使用する。

ポリカーボネート樹脂の分子量は、粘度平均分子量(M)で10,000～2

2, 0 0 0が好ましく、1 2, 0 0 0～2 0, 0 0 0がより好ましく、1 3, 0 0 0～1 8, 0 0 0がさらに好ましく、1 3, 5 0 0～1 6, 5 0 0が特に好ましい。かかる粘度平均分子量を有する芳香族ポリカーボネート樹脂は光学用材料として十分な強度が得られ、また成形時の溶融流動が良好であり、成形歪みが発生せず好ましい。また、芳香族ポリカーボネート樹脂の2種以上を混合しても差し支えない。本発明でいう粘度平均分子量は塩化メチレン1 0 0 m lにポリカーボネート樹脂0. 7 gを2 0℃で溶解した溶液から求めた比粘度 (η_{sp}) を次式に挿入して求める。

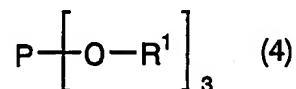
$$\eta_{sp}/c = [\eta] + 0.45 \times [\eta]^2 c \quad (\text{但し } [\eta] \text{ は極限粘度})$$

$$[\eta] = 1.23 \times 10^{-4} M^{0.83}$$

$$c = 0.7$$

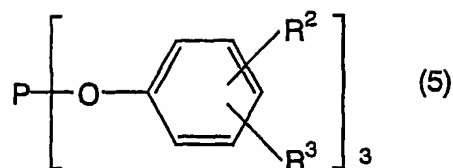
また本発明のA成分には熱安定剤を含むことが好ましく、特により好ましくはリン系の安定剤を含有する場合である。かかるリン系安定剤としては、ホスファイト系、ホスホナイト系、およびホスフェート系のいずれも使用可能である。

15 本発明におけるホスファイト系安定剤としては、さまざまなものを用いることができる。具体的には例えば一般式 (4)



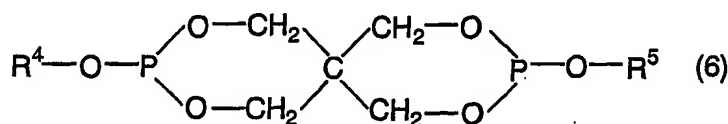
[式中 R^1 は、水素または炭素数 1～2 0 のアルキル基、炭素数 6～2 0 のアリール基ないしアルカリール基、炭素数 7～3 0 のアラルキル基、またはこれらのハロ、アルキルチオ (アルキル基は炭素数 1～3 0) またはヒドロキシ置換基を示し、3 個の R^1 は互いに同一または互いに異なるのいずれの場合も選択でき、また 2 価フェノール類から誘導されることにより環状構造も選択できる。] で表わされるホスファイト化合物である。

25 また、一般式 (4) においてより好ましい態様としては、以下の一般式 (5)



5 [式中 R^2 および R^3 は、水素または炭素数1～20のアルキル基、炭素数6～20のアリール基ないしアルキルアリール基、炭素数7～30のアラルキル基を示し、 R^2 および R^3 は同時に水素ではなく、互いに同一または互いに異なるのいずれの場合も選択できる。]で表わされるホスファイト化合物を挙げることができる。

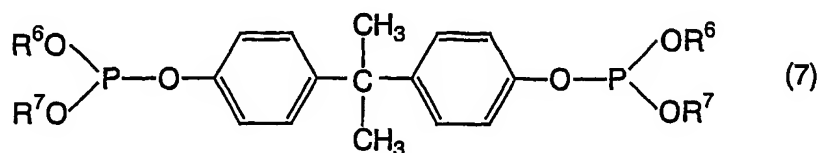
また、一般式(6)



10

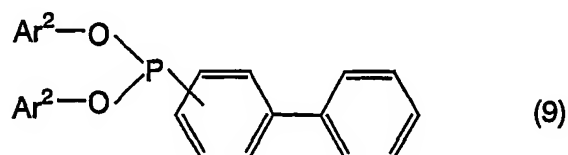
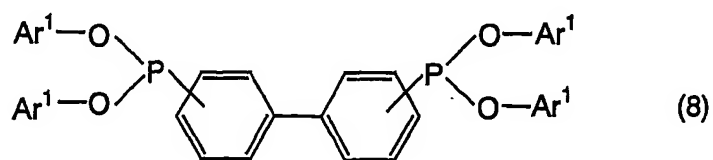
[式中 R^4 、 R^5 はそれぞれ水素、炭素数1～20のアルキル基、炭素数6～20のアリール基ないしアルキルアリール基、炭素数7～30のアラルキル基、炭素数4～20のシクロアルキル基、炭素数15～25の2-(4-オキシフェニル)プロピル置換アリール基を示す。なお、シクロアルキル基およびアリール基
15 は、アルキル基で置換されていないもの、またはアルキル基で置換されているもののいずれも選択できる。]で表わされるホスファイト化合物を挙げることができる。

また、一般式(7)



[式中 R^6 、 R^7 は炭素数12～15のアルキル基である。なお、 R^6 および R^7 は互いに同一または互いに異なるのいずれの場合も選択できる。]で表わされるホスファイト化合物を挙げることができる。

ホスホナイト系安定剤としては下記一般式(8)で表わされるホスホナイト化合物、および下記一般式(9)で表わされるホスホナイト化合物を挙げることができる。



[式中、 Ar^1 、 Ar^2 は炭素数6～20のアリール基ないしアルキルアリール基、または炭素数15～25の2-(4-オキシフェニル)プロピル置換アリール基を示し、4つの Ar^1 は互いに同一、または互いに異なるのいずれも選択できる。または2つの Ar^2 は互いに同一、または互いに異なるのいずれも選択できる。]

本発明においては、上記ホスファイト化合物およびホスホナイト化合物のうち、より好ましいリン系の安定剤として、上記一般式(5)で示されるホスファイト化合物(E1成分)、および上記一般式(8)(E2成分)および上記一般式(9)(E3成分)で示されるホスホナイト化合物を挙げることができ、これらは1種もしくは2種以上を併用することができ、より好ましくは上記一般式(5)で示されるホスファイト化合物をかかえるE成分100重量%中、少なくとも5重量%含む場合である。

上記一般式(4)に対応するホスファイト化合物における好ましい具体例としては、ジフェニルイソオクチルホスファイト、2,2'-メチレンビス(4,6

ージ-tert-ブチルフェニル) オクチルホスファイト、ジフェニルモノ (トリデシル) ホスファイト、フェニルジイソデシルホスファイト、フェニルジ (トリデシル) ホスファイトが挙げられる。より好ましい上記一般式 (5) に対応する好ましい具体例としては、トリフェニルホスファイト、トリス (ジメチルフェニル) ホスファイト、トリス (ジエチルフェニル) ホスファイト、トリス (ジ-iso-プロピルフェニル) ホスファイト、トリス (ジ-n-ブチルフェニル) ホスファイト、トリス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスファイト、トリス (2, 6-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスファイト等が挙げられ、トリス (ジアルキル置換フェニル) ホスファイトが好ましく、トリス (ジ-tert-ブチルフェニル) ホスファイトがより好ましく、トリス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル) ホスファイトが特に好ましい。上記ホスファイト化合物は1種、または2種以上を併用することができる。

上記一般式 (6) に対応するホスファイト化合物における好ましい具体例としては、ジステアシルペンタエリスリトールジホスファイト、ビス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス (2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、フェニルビスフェノールAペンタエリスリトールジホスファイト、ジシクロヘキシルペンタエリスリトールジホスファイトなどが挙げられ、好ましくはジステアシルペンタエリスリトールジホスファイト、ビス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイト、ビス (2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェニル) ペンタエリスリトールジホスファイトを挙げることができる。かかるホスファイト化合物は1種、または2種以上を併用することができる。

上記一般式 (7) に対応するホスファイト化合物における好ましい具体例としては、4, 4'-イソプロピリデンジフェノールジトリデシルホスファイトを挙げることができる。

上記一般式 (8) に対応するホスホナイト化合物における好ましい具体例としては、テトラキス (2, 4-ジ-iso-プロピルフェニル) -4, 4'-ビフ

- エニレンジホスホナイト、テトラキス(2, 4-ジ-*n*-ブチルフェニル)-4,
 4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチル
 フェニル)-4, 4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2, 4-
 ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4, 3'-ビフェニレンジホスホナイト、テ
 5 トラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3, 3'-ビフェニレン
 ジホスホナイト、テトラキス(2, 6-ジ-*iso*-プロピルフェニル)-4,
 4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2, 6-ジ-*n*-ブチルフェ
 ニル)-4, 4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキス(2, 6-ジ-*t*
ert-ブチルフェニル)-4, 4'-ビフェニレンジホスホナイト、テトラキ
 10 ス(2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4, 3'-ビフェニレンジホス
 ホナイト、テトラキス(2, 6-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3, 3'-
 ビフェニレンジホスホナイト等が挙げられ、テトラキス(ジ-*tert*-ブチル
 フェニル)-ビフェニレンジホスホナイトが好ましく、テトラキス(2, 4-ジ
 -*tert*-ブチルフェニル)-ビフェニレンジホスホナイトがより好ましい。
- 15 このテトラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-ビフェニレンジホ
 スホナイトは、2種以上の混合物が好ましく、具体的にはテトラキス(2, 4-
 ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4, 4'-ビフェニレンジホスホナイト(E
 2-1成分)、テトラキス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4,
 3'-ビフェニレンジホスホナイト(E 2-2成分)および、テトラキス(2,
 20 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-3, 3'-ビフェニレンジホスホナイト
 (E 2-3成分)の1種もしくは2種以上を併用して使用可能であるが、好まし
 くはかかる3種の混合物である。また、3種の混合物の場合その混合比は、E 2
 -1成分、E 2-2成分およびE 2-3成分を重量比で100:37~64:4
 ~14の範囲が好ましく、100:40~60:5~11の範囲がより好ましい。
- 25 上記一般式(9)に対応するホスホナイト化合物の好ましい具体例としては、
 ビス(2, 4-ジ-*iso*-プロピルフェニル)-4-フェニル-フェニルホス
 ホナイト、ビス(2, 4-ジ-*n*-ブチルフェニル)-3-フェニル-フェニル
 ホスホナイト、ビス(2, 4-ジ-*tert*-ブチルフェニル)-4-フェニル

ーフェニルホスホナイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル)-3-
ーフェニル-フェニルホスホナイトビス(2, 6-ジ-isopropylフェニル)-4-
ーフェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 6-ジ-n-ブチルフェニル)-3-
ーフェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 6-ジ-tert-
5 ーブチルフェニル)-4-フェニル-フェニルホスホナイト、ビス(2, 6-ジ-
tert-ブチルフェニル)-3-フェニル-フェニルホスホナイト等が挙げ
られ、ビス(ジ-tert-ブチルフェニル)-フェニル-フェニルホスホナイ
トが好ましく、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル)-フェニル-フ
ェニルホスホナイトがより好ましい。このビス(2, 4-ジ-tert-ブチル
10 フェニル)-フェニル-フェニルホスホナイトは、2種以上の混合物が好ましく、
具体的にはビス(2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル)-4-フェニル-フ
ェニルホスホナイト(E3-1成分)および、ビス(2, 4-ジ-tert-ブ
チルフェニル)-3-フェニル-フェニルホスホナイト(E3-2成分)の1種
もしくは2種を併用して使用可能であるが、好ましくはかかる2種の混合物であ
15 る。また、2種の混合物の場合その混合比は、重量比で5:1~4の範囲が好ま
しく、5:2~3の範囲がより好ましい。

一方ホスフェート系安定剤としては、トリブチルホスフェート、トリメチルホ
スフェート、トリクレジルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクロ
ルフェニルホスフェート、トリエチルホスフェート、ジフェニルクレジルホスフ
20 ェート、ジフェニルモノオルソキセニルホスフェート、トリプトキシエチルホス
フェート、ジブチルホスフェート、ジオクチルホスフェート、ジイソプロピルホ
スフェートなどを挙げることができ、好ましくはトリメチルホスフェートである。

上記熱安定剤は、A成分100重量部あたり、0.0001~0.1重量部で
含まれることが好ましく、より好ましくは0.0005~0.05重量部、さら
25 に好ましくは0.001~0.03重量部である。

また本発明の着色組成物には、離型剤を含むことができる。殊にA成分がポリ
カーボネート樹脂である場合には、離型剤として高級脂肪酸エステルを使用する
ことが好ましい。かかる高級脂肪酸エステルとしては、炭素数10~34の脂肪

族飽和一価カルボン酸と一価または二価以上の多価アルコールとのエステルを挙げることができる。かかる脂肪族飽和一価カルボン酸としては、カプリン酸、ウンデカン酸、ラウリン酸、トリデカン酸、ミリスチン酸、ペンタデカン酸、パルミチン酸、マーガリン酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキシン酸、ペヘン
5 酸、およびモンタン酸などが挙げられる。

さらに、好ましくは、炭素数10～24、さらに好ましくは炭素数16～22の脂肪族飽和一価カルボン酸と二価以上の多価アルコールとの部分エステルを挙げることができる。DVDでは極めて高温での成形が必要とされるが、かかる部分エステルは高温時の成形における特に蛍光染料の特性の低下を抑制することが
10 可能となる。二価以上の多価アルコールとしては、例えばエチレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトールなどを挙げることができる。特に好ましくはステアリン酸とグリセリンの部分エステルであり、これらは例えば理研ビタミン(株)よりリケマールS-100Aという商品名で市販されており、市場から容易に入手できる。かかる離型剤の組成割合としては、A成分100重量部に対して、0.005～0.5重量部が好ましく、より好ましくは0.01～0.2重量部である。
15

本発明のB成分として使用される着色剤としては、ペリレン系染料、クマリン系染料、チオインジゴ系染料、アンスラキノ系染料、チオキサントン系染料、紺青等のフェロシアン化物、ペリノン系染料、キノリン系染料、キナクリドン系
20 染料、ジオキサジン系染料、イソインドリノン系染料、フタロシアニン系染料等の有機系色剤やカーボンブラックが挙げられ、これらの中でも透明性の有機系色剤が好ましい。さらに好ましくは、アンスラキノ系染料、ペリノン系染料、キノリン系染料、ペリレン系染料、クマリン系染料、チオインジゴ系染料を挙げることができる。

25 B成分の染料の具体例としては、CI Solvent Red 52、CI Solvent Red 149、CI Solvent Red 150、CI Solvent Red 191、CI Solvent Red 151、CI Solvent Blue 94、CI Solvent Blue 9

7、CI Solvent Violet 13、CI Solvent Violet 14、CI Solvent Green 3、CI Solvent Green 28として知られるアンスラキノン系染料、CI Vat Orange 9、CI Vat Orange 2、CI Vat Orange 4として知られるピランスロン類アンスラキノン系染料、イソジベンザンスロン類アンスラキノン系染料、CI Vat Orange 1、CI Vat Yellow 4として知られるジベンズピレンキノン類アンスラキノン系染料などを挙げる事ができる。チオインジゴ系染料としてはCI Vat Red 2、CI Vat Red 41、CI Vat Red 47などを挙げる事ができる。ペリレン系染料としては、CI Vat Red 15、CI Vat Orange 7、およびBASF社製LUMOGENシリーズとしてF Orange 240、F Red 305、F Yellow 083、F Red 339などを挙げる事ができる。クマリン系染料としては、バイエル社製MACROLEX Fluorescent Yellow 10GN (CI Solvent Yellow 160:1)、MACROLEX Fluorescent Red G、キノリン系染料としては、CI Solvent Yellow 33、CI Solvent Yellow 157、CI Solvent Yellow 54、CI Disperse Yellow 160などを挙げる事ができる。ペリノン系染料としては、CI Solvent Red 135、CI Solvent Red 179、CI Solvent Orange 60、フタロシアニン系染料としてはCI Pigment Blue 15:3、CI Pigment Green 7、CI Pigment Green 36などを挙げる事ができる。これらは1種または2種以上を併用でき、目的に応じた着色を行うことが可能である。

25 前記した着色剤（染料）に関して、色を黄、青、赤および緑に区分してその具体例を示すと下記のとおりである。

(1) 黄色系染料

黄色系染料の具体例としては、CI Solvent Yellow 33、

CI Solvent Yellow 157、CI Solvent Yellow 98、CI Disperse Yellow 54、CI Disperse Yellow 160として知られるキノリン系染料。CI Solvent Green 3として知られるペリレン系染料。CI Vat Yellow 4として知られるジベンズピレンキノン類アンスラキノン系染料。Solvent Yellow 160:1として知られるクマリン系染料。さらに BASF社製LUMOGENシリーズのF Yellow 083として知られるペリレン系染料などを挙げられる。

好ましい具体例としては、CI Solvent Yellow 33、CI Solvent Yellow 157、CI Solvent Yellow 98、CI Disperse Yellow 54、CI Disperse Yellow 160、CI Solvent Green 5、CI Vat Yellow 4、CI Solvent Yellow 160:1および BASF社製LUMOGENシリーズのF Yellow 083からなる群から選択される。

(2) 青色系染料

青色系染料の具体例としてはCI Solvent Blue 87、CI Solvent Blue 94、CI Solvent Blue 97、CI Solvent Violet 13、CI Solvent Violet 14として知られるアンスラキノン系染料。さらにCI Pigment Blue 15、CI Pigment Blue 15-1、CI Pigment Blue 15:3として知られるフタロシアニン系染料などを挙げられる。また、CI Disperse Violet 28も例示できる。

好ましい具体例は、CI Solvent Blue 87、CI Solvent Blue 94、CI Solvent Blue 97、CI Solvent Violet 13、CI Solvent Violet 14およびCI Disperse Violet 28からなる群から選択される。

(3) 赤色系染料

赤色系染料の具体例として、CI Solvent Red 22、CI Solvent Red 52、CI Solvent Red 149、CI Solvent Red 150、CI Solvent Red 151、CI Solvent Red 168、CI Solvent Red 191、
5 CI Solvent Red 207として知られるアンスラキノン系染料、
CI Vat Orange 9、CI Vat Orange 2、CI Vat Orange 4として知られるピランスロン類アンスラキノン系染料、
イソジベンザンスロン類アンスラキノン系染料、CI Vat Orange 1として知られるジベンズピレンキノン類アンスラキノン系染料。CI Solvent Red 135、CI Solvent Red 179、CI Solvent Orange 60として知られるペリノン系染料。CI Vat Red 2、CI Vat Red 41、CI Vat Red 47として知られるチオインジゴ系染料。MACROLEX Fluorescent Red Gとして知られるクマリン系染料。CI Vat Red 15、CI
10 Vat Orange 7、およびBASF社製LUMOGENシリーズの F Orange 240、F Red 305、F Red 339として知られるペリレン系染料などを挙げる事ができる。

好ましい具体例は、CI Solvent Red 22、CI Solvent Red 52、CI Solvent Red 149、CI Solvent Red 150、CI Solvent Red 151、CI Solvent Red 168、CI Solvent Red 191、CI Solvent Red 207、CI Solvent Red 135、CI Solvent Red 179、CI Vat Red 2、CI Vat Red 41、CI Vat Red 47、CI Solvent Orange 55、CI Solvent Orange 60、CI Solvent Orange 63、CI Vat Orange 1、CI Vat Orange 2、CI Vat Orange 4、CI Vat Orange 9、バイエル社製 MACROLEX Fluorescent Red

G、BASF社製LUMOGENシリーズの F Red 305、F Red 339およびF Orange 240からなる群から選択される。

(4) 緑色系染料

緑色系染料の具体例としては、CI Solvent Green 3、CI Solvent Green 20、CI Solvent Green 28として知られるアンスラキノン系染料。CI Pigment Green 7、CI Pigment Green 36として知られるフタロシアニン系染料などを挙げる事ができる。

好ましい具体例は、CI Solvent Green 3、CI Solvent Green 20およびCI Solvent Green 28からなる群から選択される。

本発明のマスターペレットにおいて黒色に着色されたペレットを得るためには、前記染料の中から、緑色染料と赤色染料を組合せるかまたは青色染料と黄色染料の組合せを使用すればよい。すなわち、黒色マスターペレットを得るために、好ましい具体例は、(i) CI Solvent Green 3、CI Solvent Green 20およびCI Solvent Green 28からなる群から選択された緑色染料および(ii) CI Solvent Red 22、CI Solvent Red 52、CI Solvent Red 151、CI Solvent Red 168、CI Solvent Red 191、CI Solvent Red 207、CI Solvent Red 135、CI Solvent Red 179、CI Solvent Orange 60からなる群から選択された赤色染料の組合せである。

黒色マスターペレットを得るための、他の好ましい具体例は、(i) CI Solvent Blue 87、CI Solvent Blue 94、CI Solvent Blue 97、CI Solvent Violet 13、CI Solvent Violet 14およびCI Disperse Violet 28からなる群から選択された青色染料および(ii) CI Solvent Yellow 33、CI Solvent Yellow 157、

CI Solvent Yellow 98、CI Disperse Yellow 54、CI Disperse Yellow 160からなる群から選択された黄色染料の組合せである。

- 着色剤は十分に均一な分散を達成するため粒径の細かいものが好ましく、より
5 好ましくは50 μm 以下の粒径を有するものであり、かかる着色剤は各種フィルターによる選別により得ることができる。

- 本発明の着色マスターペレットにおけるB成分の割合としては、好ましくは着色組成物100重量%中、B成分が0.005～10重量%である。かかる範囲においては、光記録媒体にした場合に十分な彩度を有し、意匠性に富んだ着色が
10 可能であると共に、光ディスク基板等の光学成形品を成形した際に電気特性の良好な光学成形品が得られる。B成分の割合としてより好ましくは0.01～10重量%であり、特に好ましくは0.05～5重量%である。

- 本発明の着色マスターペレットの形状は、成形用の着色マスターペレット、特に光学用成形材料のための着色マスターペレットとして使用されているものであれば、大きさおよび形は特に制限されない。しかし、長さが2.0～3.3mm、
15 好ましくは2.1～3.1mmでありかつ断面における長径の長さが2.5～3.5mm、好ましくは2.7～3.3mmのものが有利である。また断面の形状は、円形、楕円形あるいは矩形のいずれでもよいが、円形または楕円形が望ましい。楕円形の場合、断面における長径/短径の比が1.2～1.8、好ましくは1.
20 3～1.7の楕円形の断面形状を有するものが好ましい。本発明の着色マスターペレットは、後述するように、透明ペレットと混合して成形し、着色光学成形品を得るために使用される。その際の透明ペレットの形と大きさは、前記着色マスターペレットの形状において説明した範囲である。成形の際の好ましい態様は、着色マスターペレットと透明ペレットの形状は、大略同じであることが有利である。
25 。

本発明の着色マスターペレットは、個々のペレットにおける着色剤（B成分）の濃度のバラツキが極めて少ない点に特徴を有している。すなわち、本発明の着色マスターペレットは、個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表して、

その平均値を X としたとき、 $0.5X \sim 1.5X$ の範囲を満足するペレットの数の割合が、少なくとも90%、好ましくは少なくとも95%である。その濃度のバラツキは、個々のペレットを後述するように溶媒に溶解して得られた溶液の吸光度のバラツキで表される。

- 5 本発明の着色マスターペレットの好ましい態様は、個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表してその平均値を X としたとき、 $0.6X \sim 1.3X$ の範囲を満足するペレットの数の割合が、少なくとも90%、望ましくは少なくとも95%である。

- 10 本発明の着色マスターペレットの最も好ましい態様は、個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表して、その平均値を X としたとき、 $0.7X \sim 1.2X$ の範囲、特に $0.9X \sim 1.1X$ の範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数の割合が、少なくとも93%、望ましくは少なくとも95%である。

- さらに本発明の着色マスターペレットはその製造については各種の方法を取ることができる。(1) 着色剤を熱可塑性樹脂に均一に混合した後溶融混練する方法、(2) 単独または複数の着色剤を樹脂に高濃度に添加し、ヘンシェルミキサーなどの混合機を使用してドライブレンドした着色マスター組成物を得たのち、残りの熱可塑性樹脂などとさらに混合して溶融混練する方法、(3) 着色剤を独立して押出機などの溶融混練機に供給し樹脂と溶融混練する方法、(4) 着色剤を有機溶媒に溶解した後、溶液を、溶融樹脂混練機に直接供給する方法（この場合着色剤溶液はフィルター濾過するのが好ましい）、(5) 前記(4)の着色剤溶液を高濃度に樹脂に添加してヘンシェルミキサーなどの混合機により着色マスター組成物を作成後、残りの樹脂成分と溶融混練する方法、(6) 前記(5)の着色マスター組成物を独立して押出機などの溶融樹脂混練機に供給し溶融混練する方法、(7) 着色剤の溶液と熱可塑性樹脂溶液を混合して（この場合溶液はフィルター濾過するのが好ましい）、スプレードライヤーなどで溶媒を除去した粉末を得、次いで溶融押出しする方法、(8) 着色剤溶液と熱可塑性樹脂溶液との混合溶液を直接押出機などの溶融混練機に供給しペレットを得る方法を挙げることができる。これらの方法は、適宜改変して実施することができる。またこれらの
- 15
- 20
- 25

方法の実施に当っては、使用する着色剤が、大きな粒子を含まないように細かく粉砕し、また大きな粒子が存在する場合にはふるいを使用して分級しておくことが望ましい。また着色剤を樹脂と混合混練する際、着色剤が樹脂中に良好にかつ均一に分散するように、混練機の種類および条件を選択すべきである。

- 5 本発明者らの研究によれば、本発明の目的とする着色マスターペレットを得る工業的に有利な方法として、前記(2)の改良法が見出された。この改良法によれば、着色剤の粉末と着色剤を含まない熱可塑性樹脂の粉末とを均一にドライブレンドして着色マスター組成物(粉体混合物)を得、この組成物を着色剤を含まない熱可塑性樹脂の粉末またはペレットと混合して熔融混練することにより、目的とする着色マスターペレットを得ることもできる。この方法は、前記した他の方法に比較して、工業的に有利にかつ良好な品質の着色マスターペレットを得ることができる。
- 10

- 前記改良法は、熱可塑性樹脂(A成分)が芳香族ポリカーボネート樹脂である着色マスターペレットを得るのに適している。前記改良法を、芳香族ポリカーボネート樹脂(PC)の粉末を使用して実施する場合について以下説明する。着色剤を含有しないポリカーボネート樹脂粉末("PC粉末"という)は、平均粒径が0.10~0.55mm、好ましくは0.15~0.5mm、特に好ましくは0.25~0.40mmの範囲が適当である。
- 15

- このPC粉末と着色剤と混合して着色マスター組成物(粉末状)を得る場合の混合比は、例えばPC粉末40~99.9重量%および着色剤0.1~60重量%の範囲、好ましくはPC粉末60~99重量%および着色剤1~40重量%の範囲、特に好ましくはPC粉末70~95重量%および着色剤5~30重量%の範囲が適当である。
- 20

- 前記の割合でPC粉末および着色剤粉末を均一に混合して粉末状の着色マスター組成物が得られる。着色マスター組成物と透明PCペレットまたはPC粉末を混合し熔融成形して本発明の着色マスターペレットを得ることができる。ここで"透明PCペレット"とは着色剤を含まないポリカーボネート樹脂ペレットをいう。
- 25

その際、着色マスター組成物と透明P CペレットまたはP C粉末との混合比は、混合物中における着色剤と樹脂の割合が本発明の着色マスターペレットに規定された範囲となるように選択すればよい。その混合比は、目的とする着色マスターペレット中の着色剤の含有量、着色マスター組成物中の着色剤の含有量および着色剤の種類などを考慮して好適範囲を決定すればよい。すなわち、着色マスター組成物と透明P CペレットまたはP C粉末を混合して本発明の着色マスターペレットを得る。この際、着色マスター組成物と、透明P CペレットまたはP C粉末との混合比は前者0.5～50重量%および後者50～99.5重量%の範囲が望ましい。好ましい混合比は前者1～20重量%および後者80～99重量%の範囲であり、特に好ましい範囲は前者2～10重量%および後者90～98重量%の範囲である。本発明の光学成形品を得る場合、着色マスターペレットと透明P Cペレットの割合は、前者3～50重量%および後者50～97重量%の範囲が望ましい。好ましい混合比は、前者5～30重量%および後者70～95重量%の範囲であり、特に好ましい範囲は、前者10～25重量%および後者75～90重量%の範囲である。

本発明者らの研究によれば、着色マスターペレット中に、ペレットの製造時（主としてストランドの切断時）に発生する小さい細片が含有すると、その着色マスターペレットを使用して光ディスクのような光学成形品を成形した場合に、単なるシルバー現像と違って着色組成物に基づく固有の色ムラおよび色スジが発生し、また電気特性に支障のある成形品が得られることがわかった。このペレットの細片の大きさと量は光学成形品の品質に影響を与えるので、ペレットの細片は、一定以下に発生しないように制御するかあるいはふるいなどの手段で除去することが望ましい。

すなわち、本発明者らの研究によれば、着色マスターペレットと同じ着色組成物より形成された粒径が2.0mm以下の粉末の含有量が5重量%以下、好ましくは3重量%以下である着色マスターペレットが提供される。ここで粉末の粒径とは、最も長い部分の長径の長さをいう。粒径が2.0mm以下の粉末の含有量が1重量%以下の場合、より好ましく、最も好ましいのは0.5重量%以下であ

る。

本発明の好ましい着色マスターペレットはその中に含まれる大きさが1.0 mm以下の粉末の含有量は500 ppm以下、好ましくは300 ppm以下、最も好ましくは100 ppm以下が有利である。

- 5 本発明の特に好ましい着色マスターペレットは、その中に含まれる大きさが0.5 mm以下の粉末の含有量は200 ppm以下、好ましくは100 ppm以下、最も好ましくは50 ppm以下が有利である。

- 本発明の着色マスターペレットは、前述したように個々のペレット間における着色剤の濃度のバラツキを一定範囲とし、ペレット中に含まれる着色剤からなる
- 10 一定の大きさの粒子の含有割合を制御しかつペレットの細片を制御することにより、色ムラおよび色スジの発生が極めて少なく、しかも電気特性の優れた光学成形品を得ることができる。

- 本発明の粉末含有量の少ない着色マスターペレットを製造する1つの手段は、ペレットの製造時におけるストランドのカッティング条件を調整して粉末の発生
- 15 量を極力抑えることである。例えば樹脂組成物を押出機で押し出してストランドとし、これをカッターで切断してペレットを得る場合に、ペレットの断面形状は円形または楕円形で凹凸が少ないものであることが望まれる。この断面形状の凹凸を減少させるためにストランドの冷却はストランドの周囲をできる限り均一な温度で冷却するのが望ましく、その際カッター切断時のストランドの温度が好ま
- 20 しくは110～140℃、より好ましくは120～130℃となるように冷却することが望ましい。かくしてストランドのねじれを僅少化することができ、切断面における表面の凹凸を可及的に少なくすることが可能となる。

またカッター切断時に、一旦発生した粉末は、ふるいを使用して分離除去するかあるいは風力を使用した重力分級機で分離除去することができる。

- 25 前述したように本発明の着色剤マスターペレットは、最も一般的な溶融押出されたストランドをカットする方法により得ることができる。したがってその形状としては基本的に円柱状である。角柱状などの形状も可能であるが、円柱状ではストランドの均一な冷却が可能であり、ペレタイザーでのいわゆるミスカットや

二度切りなどが抑制できる。したがってより均一な形状のペレットを得るのに適している。

さらに本発明の着色剤マスターペレットはその長さが4 mm以上である巨大ペレットがペレット20 g当たり平均1個未満の条件を満足するものが好ましい。

- 5 かかる長さが一定値以上の巨大ペレットの存在は、成形時のスクリーかみ込みにおいて不安定要因となる。特に成形サイクルが極端に短い光記録媒体の分野ではかかる不安定要因は、樹脂の不均一な混合を招きやすい。したがって通常の無着色の場合には問題にならなかったペレットの存在も、着色された光記録媒体などの光学用樹脂成形品では色ムラや光学特性の不均一といった不具合を招く。

- 10 上記の長さが4 mm以上である巨大ペレットは、好ましくは100 g当たり1個未満、さらには500 g当たり1個未満であることが好ましい。

かかるペレットの長さの測定は、各種の方法を取ることができる。例えば、ペレットを1個ずつ光センサーや音波センサーなどを通過させ、そこから得られる情報を元に長さを測定する方法を取ることができる。またはペレットを画像処理

- 15 する方法によりその長さを算出する方法なども挙げられる。

一方、かかる特定以上の長さの巨大ペレットを極力低減するためには、ストランドを安定して切断することが必要である。そのためには以下の要因に配慮してペレットの製造を行う必要がある。①ペレタイザーのカッター刃の摩耗および固定刃と回転刃とのクリアランスに配慮し、それらに起因する切断ミスを防ぐ。②

- 20 ストランドの温度を安定させ、ストランドの硬さがほぼ一定の状態で行い切断ミスを防ぐ。③一定の速度でペレタイザーにストランドを引き込むため、引き込みロールの速度が安定し、またロールが十分なトルクを有しているペレタイザーを使用する。④ストランドの太さが安定するよう、押出機ダイス部分の設計に配慮し、場合によってはギアポンプを介在させるなどして吐出量を安定させ、

- 25 ストランドの太さを安定させる。太さのバラツキはストランド間でのロールの圧着力のバラツキを生じ、それによりストランドの引き込み速度が変動するからである。⑤ロールとカッター刃の距離を近接させてカッター刃のせん断力でストランドが大きく変形するのを防ぐ。その他、上記の基本操作に比較してコスト的な

問題が生じるが、選別機で粗篩いされたペレットを、光学センサーなどで1個ずつの長さを検知し特定長さ以上のものを選別する方法も挙げることができる。

本発明の着色マスターペレットは、特定の大きさの異物の含有量が少ないものが、高温高湿環境下においても偏光性欠陥（白色欠点）を生ずることがなく、記録の読み取りエラーが少なく、信頼性の高い光学成形品（例えば光ディスク）を得るために適している。

本発明において「異物」とは原料から熱可塑性樹脂（例えば芳香族ポリカーボネート樹脂）を製造し、さらに光学成形品を成形するまでのあらゆる工程において種々の工程において混入する汚染物質のことであり、例えば使用原料（モノマ
10 ー、溶剤、安定剤、離型剤等の添加剤、着色剤など）に含まれる不純物やダスト、製造設備に付着しているダストまたは成形過程で発生する炭化物など塩化メチレンに不溶な全ての成分を示す。

本発明の着色マスターペレットは、ペレット1kg当り粒径200 μ m以上の異物が1個以下含有しているものである。好ましくはペレット1kg当り粒径
15 00 μ m以上の異物が300個以下、さらに好ましくはペレット1kg当り粒径50 μ m以上の異物が500個以下である。また微少な異物の量に関して、粒径0.5 μ m以上の異物が10,000個/g以下が好ましい。

異物の少ない熱可塑性樹脂を得るには、昇華、再結晶等で精製された不純物の少ない原料（モノマー、溶剤、安定剤、離型剤等の添加剤、着色剤などを使用し
20 たり、前述した従来公知の常法（溶液重合法、熔融重合法など）により製造した後、溶液状態において濾過処理をしたり、造粒（脱溶媒）後の粒状原料を例えば加熱条件下でアセトンなどの貧溶媒で洗浄したりして低分子量成分や未反応成分等の不純物や異物を除去する。さらに射出成形に供するためのペレット状樹脂を得る押出工程（ペレット化工程）では熔融状態の時に濾過精度10 μ mの焼結金
25 属フィルターを通すなどして異物を除去したりする。必要により、例えばリン系等の酸化防止剤などの添加剤を加えることも異物発生を抑止できる。いずれにしても射出成形前の原料樹脂は異物、不純物、溶媒などの含有量を極力低くしておくことが必要である。

本発明の着色マスターペレットは、個々のペレット間における着色剤の濃度のバラツキが極めて少ないペレットである。言い換えると本発明の着色マスターペレットは、着色剤が均質にかつ良好に分散したペレットである。その上本発明の着色マスターペレットは、ペレットの細片（粉末）の含有量が極めて少なくかつ

5 異物の含有量も極めて少ない。

かかる本発明による高品質の着色マスターペレットは、着色剤を含まない透明の熱可塑性樹脂ペレット（“透明ペレット”という）と混合して熔融成形することにより、色ムラおよび色スジの発生が少なく、電気特性の良好な着色した光学成形品（例えば光ディスク）を得ることができる。

10 着色マスターペレットと透明ペレットとの混合割合は特に制限されない。好適な混合割合は、両者の合計を100重量%としたとき、着色マスターペレット3～50重量%、好ましくは5～30重量%、特に好ましくは10～25重量%の範囲であり、透明ペレット97～50重量%、好ましくは95～70重量%、特に好ましくは90～75重量%の範囲である。

15 着色マスターペレットと混合される透明ペレットの大きさおよび形状は、前記した着色マスターペレットと同じ範囲から選択されるのが好ましく、最も好ましい態様は、両ペレットはほぼ同じ形状および大きさを有することである。また透明ペレットは、その細片および異物の含有量は、着色マスターペレットにおいて説明したと同じ範囲で少ないことが好適である。

20 本発明の着色マスターペレットと透明ペレットから光学成形品を得る方法としては従来公知の種々の方法が使用でき、例えば射出成形、押出成形、圧縮成形などの方法で所望の形状に成形することができる。本発明は着色された光ディスク、特に着色CD-Rおよび着色DVD-R等のディスク形状の光記録媒体の他、光カードなどの板状成形体にも好適なものであり、その他光記録媒体機能を有する

25 貼り合わせ型記録媒体各種の態様において好適なものである。これら光記録媒体は、各種ビデオソフト用、コンピューターソフト用、ゲーム機ソフト用に好適なものである。

さらに本発明の着色マスターペレットは、前記したように着色剤の濃度のバラ

ツキが極めて少ないので、それ自体で、つまり透明ペレットと混合しないで成形して光学成形品を得ることもできる。かかる光学成形品としては、着色光ディスク、具体的には着色CD-Rおよび着色DVD-Rが例示できる。

5 発明の実施の形態

以下に、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれら実施例によって何ら限定されるものではない。また、実施例中の「部」は特に断りのない限り重量部を意味する。光ディスク共通の評価項目および方法は以下の通りである。

10 (1) 色ムラの測定

表2記載のブレンドペレットを用い射出成形機〔住友重機(株) S480/150〕でシリンダー温度350℃、金型温度120℃で長さ50mm×幅90mm×厚さ0.6mmの色ムラ評価成形板を連続成形で100枚作成した。

この100枚の成形板を分光光度計(datacolor社 SF500)を用いて、D65光源(相関色温度6504K)下での、L* (明度)、a* (赤味から緑味にかけての色度)、b* (黄味から青味にかけての色度)を測定し、その最大値と最小値より求められた値を(i)式に挿入して、その色差(ΔE^*)を求め、3段階評価した。 ΔE^* (色差)の値が0に近いほど色相が安定していることになる。

20 ○: $\Delta E^* \leq 0.5$

△: $0.5 < \Delta E^* < 1.0$

×: $\Delta E^* \geq 1.0$

$$\Delta E^* = \sqrt{(L^*_{\max} - L^*_{\min})^2 + (a^*_{\max} - a^*_{\min})^2 + (b^*_{\max} - b^*_{\min})^2} \quad (i)$$

25

L*_{max}, a*_{max}, b*_{max}: 成形板100枚中の最大値
L*_{min}, a*_{min}, b*_{min}: 成形板100枚中の最小値

(2) 色スジの測定

色ムラ評価成形板100枚の中から成形1ショット目～10ショット目までの10枚について、その外観を目視にて観察し、3段階評価した。

○：色スジが全くないもの

△：色スジが1個所あるもの

5 ×：色スジが2個所以上あるもの

(3) 光ディスクの外観観察

上記で得られた光ディスクについて、その外観観察を目視にて行った。

(4) BLERの測定

下記のブレンドペレットを用い射出成形機（住友重機（株）製DISK3MII
10 II）で厚み1.2mm、120mmφのA1付基板に成形し、この基板のBLERをBLER測定機（SONY製・CDplayer control unit CDS-3000）により測定した。なお、表4のC1AVEとはC1エラー（C1コードで訂正出来るランダムエラー）の1秒間あたりの平均値である。

(5) 光線透過特性

15 光線透過率測定用試験片は、得られたペレットを射出成形機〔住友重機械工業S480/150〕でシリンダー温度350℃、金型温度120℃で長さ50mm×幅90mm×厚さ0.6mmの透過率評価用成形板を作成した。

この成形板を日立製作所（株）製自記分光光度計U-3200型を用いて、光線透過特性を測定し、①350nm～400nmの各波長における最大光線透過
20 率、②400nm～650nmにおける最小光線透過率、③650nmにおける光線透過率を求めた。

(6) 粉末量の測定

着色マスターペレット5kgを秤量した後、ペレットを円形振動篩機（徳寿工
作所製・TM-70-2S）に20分間かけ、2.0mm以下、1.0mm以下
25 および0.5mm以下の粉末を分離する。この粉末の重量を測定し、ppm単位で表わした。

(7) 着色剤マスターペレットの長さの測定

表1に示す各着色剤マスターペレットから500gをサンプリングした。かか

- るペレットは、ペレット1個ずつが半円筒状の溝を刻んだベルト上に乗って運ばれるようにした。ベルト上のペレットは上および横に設置されたCCDカメラより画像を入力し、その画像解析により各ペレットの長さおよび径を測定した。かかるCCDカメラはそれぞれ3個設けられ、それらから記録されたデータの3点
- 5 の平均値をペレットの長さおよび径として算出した。

(8) 異物含有量の測定

- 200 μm 以上の異物は、該ペレットの一定量を予め0.05 μm のフィルターで濾過した塩化メチレンに溶解させ、目開き200 μm のフィルターにより濾過し、フィルター上の残存物の個数を数えて計測した。その数を樹脂1kg当た
- 10 りに換算して表示した。

また、0.5 μm 以上の異物は、上記の溶液をレーザー光を利用した光散乱/光遮断方式による液体微粒子カウンター(HIAC, ROYCO社製)に通液し測定した。

(9) 長期信頼性試験

- 15 ディスク用成形機〔住友重機械工業(株)製DISK 3M III〕により成形された光ディスク用基板(直径120mm、厚さ1.2mm)を、温度80℃、相対湿度85%に制御した恒温恒湿槽に1,000時間放置した後、基板中の大きさ20 μm 以上の白色欠点数(偏光性欠陥)を数えた。これを25枚の光学式ディスク基板についておこない、その平均値を求め、これを白点個数とした。

20 (10) 基板貼合せ試験

紫外線硬化型接着剤をスピンコート塗布、紫外線照射により硬化させ、データ基板2枚を貼合せてたDVDディスクを得た。次いでその接着性を以下の手法により評価した。

○：手ではがすことはできず、十分な接着力を有する

- 25 ×：手ではがすことができる

(11) 吸光度の測定方法

まず120℃で5時間乾燥した各種着色マスターペレットを秤量し、その1粒(約20mg)をメスフラスコに分取秤量し、クロロホルムで適当に希釈溶解

- (例えば100、200、300、500、1000、1500倍等)する。この溶液を光路長10mmの石英セルを用いて(株)日立製作所製 U-3200形 自記分光光度計で、波長400nm~700nmの光線透過率を測定する。その時の最大吸収波長を λ_{\max} とする。 λ_{\max} の光線透過率が35~70%の
- 5 範囲になるクロロホルムの希釈倍率をAとする。この希釈倍率Aで着色ペレット100個を上記と同様な方法で吸光度を測定した。因みに実施例N、O、PおよびQのそれぞれの着色剤の濃度の吸光度は次のとおりであった。

実施例Nの着色剤マスターペレットの測定した結果は、希釈倍率1500倍で $\lambda_{\max}=477\text{ nm}$ の吸光度が平均0.252であった。

- 10 実施例Oの着色剤マスターペレットの測定した結果は、希釈倍率700倍で $\lambda_{\max}=478\text{ nm}$ の吸光度が平均0.309であった。

実施例Pの着色剤マスターペレットの測定した結果は、希釈倍率300倍で $\lambda_{\max}=460\text{ nm}$ の吸光度が平均0.387であった。

- 15 実施例Qの着色剤マスターペレットの測定した結果は、希釈倍率250倍で $\lambda_{\max}=634\text{ nm}$ の吸光度が平均0.195であった。

なお表1記載の各成分を示す記号および項目は下記の通りである。

熱可塑性樹脂 (A成分)

PC-1

- 粘度平均分子量が15,200のアミン触媒を用いないホスゲン法により得られたビスフェノールAポリカーボネート樹脂パウダー (末端停止剤としてp-tert-ブチルフェノールを使用)。このパウダーの平均粒径は0.33 μm であった。
- 20

PC-2

- 粘度平均分子量が14,800のアミン触媒を用いてホスゲン法により得られた、全芳香族ジヒドロキシ成分のうち、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン [ビスフェノールTMC] が45モル%、4,4'-(m-フェニレンジイソプロピリデン)ジフェノール [ビスフェノールM] が55モル%である芳香族ポリカーボネート共重合体パウダー
- 25

(末端停止剤としてp-tert-ブチルフェノールを使用)

PC-3

末端水酸基濃度34モル%、粘度平均分子量が15,300のエステル交換触媒として原料ビスフェノールA1モルに対してビスフェノールAの2ナトリウム塩を 2×10^{-7} モルを用いた熔融エステル交換法により得られたビスフェノールAポリカーボネート樹脂ペレット

着色剤 (B成分)

- 赤染料-1: ペリノン系赤染料、有本化学(株)製 Plast Red 8370
- 10 赤染料-2: ペリレン系蛍光赤染料、BASF社製 Lumogen F Red 305
- 赤染料-3: クマリン系蛍光赤染料、バイエル社製 Macrolex Fluorescent Red G
- 赤染料-4: チオインジゴ系蛍光赤染料、有本化学(株)製 Plast Red 15 d D54
- 赤染料-5: ペリノン系赤染料、紀和化学(株)製 Kp Plast Red HG
- 赤染料-6: ペリノン系赤染料、紀和化学(株)製 Kp Plast Red H2G
- 20 黄染料-1: キノリン系黄染料、有本化学(株)製 Plast Yellow 8010
- 黄染料-2: クマリン系蛍光黄染料、バイエル社製 Macrolex Fluorescent Yellow 10GN
- 黄染料-3: キノリン系黄染料、有本化学(株)製 Plast Yellow 25 8050
- 緑染料: アンスラキノ系緑染料、有本化学(株)製 Oil Green 5602
- 青染料: アンスラキノ系青染料、バイエル社製 Macrolex Blue

RR

他の添加剤成分

ST: トリス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニルホスファイト)、日本チバガイギー (株) 製 I r g a f o s 1 6 8

5. L 1 : グリセリンモノステアレート、理研ビタミン (株) 製リケマール S - 1 0 0 A

実施例 A ~ R, 1 ~ 2 5 および比較例 A, B, 1 ~ 3

<着色マスターペレットおよび透明ペレットの製造>

- 着色マスターペレット A ~ R は、まず表 1 記載の着色剤成分および添加剤成分の含有量が 1 0 重量%の割合となるよう、A 成分のポリカーボネート樹脂パウダーで希釈し、ヘンシェルミキサーで均一に混合し着色マスター組成物および添加剤マスター組成物を得る。次にマスター組成物を表 1 の組成割合となるよう残りの樹脂成分と混合し、タンブラーで均一に混合した。その後、径 3 0 mm φ のベント付き 2 軸押出機 [(株) 神戸製鋼所 K T X - 3 0] でベントから真空排気させながらシリンダー温度 2 8 0 °C で熔融混練し押し出しペレット化 (ペレット形状: 径 2 . 7 mm × 長さ 3 . 0 mm) した。押出機のダイス部分には、フィルターを設置し、5 μm 以上の異物が 1 g あたり 2 0 個以下となるようにした。また上記の機器はすべてフィルターを通した清浄な空気が循環する 1 0 1 . 8 k P a の雰囲気下に置き、冷却用の水はイオン交換水を使用した。

- 20 なお、着色剤マスターペレット A ~ Q は、冷却方法としてストランドを冷却水を流した波板の上に通して冷却する方法 (波板冷却方法) を用い、カッターで切断した直後のペレット温度は 1 3 2 °C とした。このペレットを矩形の導管中に落下させながらイオン化空気を向流に流してペレットに付着している粉末を分離除去した。

- 25 着色マスターペレット X は、表 1 記載の着色剤成分、添加剤成分、A 成分の熱可塑性樹脂を表 1 の組成割合となるよう直接タンブラーのみで混合した。その後、径 3 0 mm φ のベント付き 2 軸押出機 [(株) 神戸製鋼所 K T X - 3 0] でベントから真空排気させながらシリンダー温度 2 8 0 °C で熔融混練し押し出しペレ

ト化した。この時、押出機のダイス部分には、フィルターを設置しなかった。また上記の機器冷却用の水は水道水を使用した。

- なお、着色マスターペレットXは、冷却方法としてストランドを27℃の水浴に5秒間通して冷却する方法を用い、カッターで切断した直後のペレット温度は
- 5 83℃とし、イオン化空気による微粉末除去を行わなかった。

また、別に希釈用の着色剤成分を含まない透明ペレット（ペレット形状：径2.7mm×長さ3.0mm）を上記着色マスターペレットA～Qと同様な条件で製造した。

表 1

[illegible]

表 2

			実施例 A	実施例 B	実施例 C	実施例 D	実施例 E	実施例 F	実施例 G	実施例 H	実施例 I	実施例 J
成形ペレット	着色マスタータレット	種類	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
		重量部	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	透明ペレット	PC-1	80	80	80	80	80	80	80	80	80	80
		PC-2										
着色マスタータレットの特性		PC-3										
		0.9X~1.1X	99	99	98	100	100	100	98	97	98	97
	ペレットの	0.6X~1.3X	100	100	100	100	100	100	100	99	100	99
	吸光度の	0.5X~1.5X	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	バラツキ	0.5X~1.5X	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		の範囲外										
	粉末含有量	0.5mm以下	34	35	35	27	28	28	36	36	35	48
		1.0mm以下	50	55	53	44	44	46	58	58	56	72
		2.0mm以下	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.3	0.4	0.3	0.5
	長さ4mm以上のペレットの個数	個/20g	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
異物	平均ペレット長	mm	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
	平均ペレット径	mm	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7
	200μm以上	個/kg	0.5	0.5	0.5	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
	0.5μm以上	個/g	8200	8000	8100	7400	7200	7300	7300	7400	7400	6900

表 3

			実施例K	実施例L	実施例M	実施例N	実施例O	実施例P	実施例Q	実施例R	比較例A	比較例B
	種類	—	K	L	M	N	O	P	Q	A	X	
成形ペレット	アワダ量	重量部	20	20	20	20	20	20	20	10	20	
	PC-1	"	80			80	80	80	80	90	80	100
	PC-2	"		80								
	PC-3	"			80							
着色マスタ ペレット の特性	0.9X~1.1X		96	99	99	99	100	98	98	99	30	—
	0.6X~1.3X		99	100	100	100	100	100	100	100	61	—
	0.5X~1.5X		100	100	100	100	100	100	100	100	84	—
	0.5X~1.5X の範囲外		—	—	—	—	—	—	—	—	16	—
	0.5mm以下	ppm	45	38	32	34	28	35	35	34	270	—
	1.0mm以下	ppm	60	58	50	50	44	58	56	50	440	—
	2.0mm以下	重量%	0.4	0.4	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	6.3	—
	長さ4mm以上のペレットの 個数	個/20g	0	0	0	0	0	0	0	0	3	—
	平均ペレット長	mm	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.1	—
	平均ペレット径	mm	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	—
異物	200μm以上	個/kg	0.3	0.5	0.5	0.5	0.4	0.4	0.5	0.5	1.3	—
	0.5μm以上	個/g	6100	8300	8100	8200	7200	7400	6900	8200	21200	—

＜CDディスクの製造＞

表2、表3記載の成形ペレットを用いて射出成形機、住友重機械工業製DISK 3 M I I IにCD専用の金型を取り付け、この金型にピットの入ったニッケル製のCD用スタンパーを装着し、成形材料を自動搬送にて成形機のホッパー
5 に投入し、シリンダー温度340℃、金型温度75℃、射出速度100mm/sec、保持圧力3920kPaの条件で直径120mm、肉厚1.2mmの基板を成形し、この基板を用いてCDディスクを得た。これらのCDディスクの評価結果を表4に示す。

表 4

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12	実施例 13	実施例 14	実施例 15	実施例 16	実施例 17	実施例 18	比較例 1	比較例 2
成形バレット	実施例 A	実施例 B	実施例 C	実施例 D	実施例 E	実施例 F	実施例 G	実施例 H	実施例 I	実施例 J	実施例 K	実施例 L	実施例 M	実施例 N	実施例 O	実施例 P	実施例 Q	実施例 R	比較例 A	比較例 B
色ムラ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	—
色スジ	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	—
外観	黒	黒	黒	赤	赤	赤	黄	黄	青	鮮明な赤	鮮明な黄色	黒	黒	黒	赤	黄	青	黒	青	透明
C1 AVE	0.56	0.57	0.56	0.51	0.5	0.5	0.61	0.51	0.58	0.65	0.62	0.61	0.56	0.58	0.5	0.4	0.55	0.51	4.96	—
白色欠点	0.4	0.4	0.4	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.2	0.4	0.4	0.4	0.4	0.3	0.4	0.5	1.2	—

＜CD-Rディスクの製造＞

表2記載の成形ペレットを用いてディスク基板を成形し、これに色素系記録層を形成してCD-Rディスクを作成した。これらのCD-Rディスクの評価結果を表5に示す。

表5

	実施例19	実施例20	実施例21	実施例22	実施例23	比較例3
成形ペレット	実施例A	実施例E	実施例H	実施例I	実施例J	比較例B
色ムラ	○	○	○	○	○	—
色スジ	○	○	○	○	○	—
外観	黒	赤	黄	青	鮮明な赤	透明

10 さらに、CD-Rディスクの記録面にガラスを通して日光が当たる様にし、書き込み・読出しに異常が起る日数を調べる耐候性試験を行った結果、比較例に対して実施例は倍以上の耐候性を有していた。

＜DVDディスクの製造＞

表2、表3記載の成形ペレットを用いて、射出成形機、住友重機械工業製D I S K 3 M I I IにDVD専用の金型を取り付け、この金型にアドレス信号などの情報の入ったニッケル製のDVD用スタンパーを装着し、成形材料を自動搬送にて成形機のホッパーに投入し、シリンダー温度380℃、金型温度115℃、射出速度300mm/sec、保持圧力3920kPaの条件で直径120mm、肉厚0.6mmのDVD基板を成形し、この基板を用いてDVDディスクを得た。

20 これらのDVDディスクの評価結果を表6に示す。

表 6

		実施例24	実施例25
成形ペレット		実施例 J	実施例 K
色ムラ		○	○
色スジ		○	○
透過率 (%)	350～400nmの最大透過率	6 0	6 4
	400～650nmの最小透過率	1 0	7
	650nmの透過率	9 0	9 0
DVD貼り合わせ		○	○

請 求 の 範 囲

1. 着色剤（B成分）を含有する透明な熱可塑性樹脂（A成分）よりなる着色組成物より形成された着色マスターペレットであって、個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表して、その平均値をXとしたとき、 $0.5X \sim 1.5X$ の範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数の割合が少なくとも90%である光学成形品のための着色マスターペレット。
2. 該ペレットは、その長さが2.0～3.3 mmでありかつ断面における長径の長さが2.5～3.5 mmの形状を有する請求項1記載の着色マスターペレット。
3. 個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表して、その平均値をXとしたとき、 $0.6X \sim 1.3X$ の範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数の割合が少なくとも90%である請求項1の着色マスターペレット。
4. 個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表して、その平均値をXとしたとき、 $0.5X \sim 1.5X$ の範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数の割合が少なくとも95%である請求項1の着色マスターペレット。
5. 前記着色組成物より形成された粒径1.0 mm以下の粉末の含有量が250 ppm以下である請求項1記載の着色マスターペレット。
6. 前記着色組成物より形成された粒径2.0 mm以下の粉末の含有量が5重量%以下である請求項1記載の着色マスターペレット。
7. 粒径200 μm 以上の異物の個数がペレット1 kg当り、1個以下である請求項1記載の着色マスターペレット。

8. 透明な熱可塑性樹脂（A成分）は、粘度平均分子量が10,000～22,000を有する芳香族ポリカーボネート樹脂である請求項1記載の着色マスターペレット。

5

9. 該着色組成物は、着色剤（B成分）の含有量が0.005～10重量%である請求項1記載の着色マスターペレット。

10. 該着色剤（B成分）が、アンスラキノン系染料、ペリノン系染料、キノリン系染料、ペリレン系染料、クマリン系染料またはチオインジゴ系染料である請求項1記載の着色マスターペレット。

11. 請求項1記載の着色マスターペレット3～50重量%および透明の熱可塑性樹脂より形成されたペレット97～50重量%よりなる光学用樹脂成形材料。

15

12. 請求項11の成形材料より形成された着色された光学用ディスク。

13. 請求項11の成形材料より形成された着色されたCD-RまたはDVD-R。

20

14. 該着色剤が、CI Solvent Yellow 33、CI Solvent Yellow 157、CI Solvent Yellow 98、CI Disperse Yellow 54、CI Disperse Yellow 160、CI Vat Yellow 4、CI Solvent Yellow 160：1およびBASF社製LUMOGENシリーズのF Yellow 083からなる群から選択された請求項1記載の黄色に着色されたマスターペレット。

15. 該着色剤が、CI Solvent Blue 87、CI Solvent Blue 94、CI Solvent Blue 97、CI Solvent Violet 13、CI Solvent Violet 14およびCI Disperse Violet 28からなる群から選択された、請求項1記載の青色に着色されたマスターペレット。

16. 該着色剤が、CI Solvent Red 22、CI Solvent Red 52、CI Solvent Red 149、CI Solvent Red 150、CI Solvent Red 151、CI Solvent Red 168、CI Solvent Red 191、CI Solvent Red 207、CI Solvent Red 135、CI Solvent Red 179、CI Vat Red 2、CI Vat Red 41、CI Vat Red 47、CI Solvent Orange 55、CI Solvent Orange 60、CI Solvent Orange 63、CI Vat Orange 1、CI Vat Orange 2、CI Vat Orange 4、CI Vat Orange 9、バイエル社製 MACROLEX Fluorescent Red G、BASF社製LUMOGENシリーズの F Red 305、F Red 339およびF Orange 240からなる群から選択された請求項1記載の赤色に着色されたマスターペレット。

17. 該着色剤が、CI Solvent Green 3、CI Solvent Green 20およびCI Solvent Green 28からなる群から選択された、請求項1記載の緑色に着色されたマスターペレット。

25

18. 着色剤が、(i) CI Solvent Green 3、CI Solvent Green 20およびCI Solvent Green 28からなる群から選択された緑色染料および(ii) CI Solvent Red

22、CI Solvent Red 52、CI Solvent Red 151、CI Solvent Red 168、CI Solvent Red 191、CI Solvent Red 207、CI Solvent Red 135、CI Solvent Red 179、CI Solvent Orange 60からなる群から選択された赤色染料を含む請求項1記載の黒色に着色されたマスターペレット。

19. 該着色剤が、(i) CI Solvent Blue 87、CI Solvent Blue 94、CI Solvent Blue 97、CI Solvent Violet 13、CI Solvent Violet 14およびCI Disperse Violet 28からなる群から選択された青色染料および(ii) CI Solvent Yellow 33、CI Solvent Yellow 157、CI Solvent Yellow 98、CI Disperse Yellow 54、CI Disperse Yellow 160からなる群から選択された黄色染料を含む請求項1記載の黒色に着色されたマスターペレット。

20. 着色剤を含有する芳香族ポリカーボネート樹脂よりなる着色組成物より形成された着色マスターペレットであって、

20 (1) 個々のペレットにおける着色剤の濃度を吸光度で表してその平均値をXとしたとき、0.5~1.5Xの範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数の割合が少なくとも90%であり、

(2) ペレットは、その長さが2.0~3.3mmでありかつ断面における長径の長さが2.5~3.5mmの形状を有し、

25 (3) 200 μ m以上の異物の個数がペレット1kg当たり1個以下であり、かつ
(4) 着色組成物より形成された粒径1.0mm以下の粉末の含有量が250ppm以下である、

ことを特徴とする光学成形品のための着色マスターペレット。

21. (1) 着色剤の粉末および芳香族ポリカーボネート樹脂の粉末を均一に混合して、粉末状の着色マスター組成物を作り、

(2) この着色マスター組成物と、芳香族ポリカーボネート樹脂の粉末またはペレットとを、得られた混合物中の着色剤の含有量が0.005～10重量%となるように混合し、次いで

(3) 得られた混合物を熔融混練してペレット化する、
ことを特徴とする、個々のペレットにおける着色濃度を吸光度で表してその平均値をXとしたとき、0.5X～1.5Xの範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数が少なくとも90%である光学成形品のための着色マスターペレットの製造方法。

22. 芳香族ポリカーボネート樹脂の粉末は、平均粒径が0.10～0.55mmの形状を有する請求項21記載の着色マスターペレットの製造方法。

15

23. 着色剤(B成分)を含有する透明な熱可塑性樹脂(A成分)よりなる着色組成物から形成された着色ペレットであって、個々のペレットにおける着色剤(B成分)の濃度を吸光度で表してその平均値をXとしたとき、0.5～1.5Xの範囲を満足する着色剤濃度を有するペレットの数の割合が、少なくとも9

20 0%である光学成形品のための着色ペレット。

24. 請求項23記載の着色ペレットより形成された光ディスク。

25 25. 請求項23記載の着色ペレットより形成された着色CD-Rまたは着色DVD-R。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/03731

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C08J3/22, C08L101/00, C08K5/00, G11B7/24

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C08J3/00-3/28, C08L1/00-101/16, G11B7/24

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI/L

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	JP 2000-302953 A (Teijin Limited), 31 October, 2000 (31.10.00), Claims; Par. No. [0057] (Family: none)	1-11, 20
PA	JP 2000-344897 A (Sumika Color K.K.), 12 December, 2000 (12.12.00), Claims (Family: none)	1-25
PA	JP 2000-273185 A (Teijin Chem. Ltd.), 03 October, 2000 (03.10.00), Claims (Family: none)	1-25
X	US 4731400 A (Mitsui Petrochem. Ind. Co., Ltd.), 15 March, 1988 (15.03.88), Claims; working example & AU 8551394 A & EP 191240 A & JP 61-268744 A & DE 3587289 T2	1-11, 14-20
A	JP 10-1572 A (Dainippon Ink and Chemicals, Inc.), 06 January, 1998 (06.01.98), Claims (Family: none)	1-25



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
27 July, 2001 (27.07.01)

Date of mailing of the international search report
07 August, 2001 (07.08.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/03731

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 6-145490 A (Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc.), 24 May, 1994 (24.05.94), Claims (Family: none)	1-25
A	JP 5-505635 A (Hoechst Italia S.p.A), 19 August, 1993 (19.08.93), Claims & WO 91/13931 A & EP 519993 A & IT 124061 B & DE 59105673 T2 & ES 2074712 T3	1-25
A	JP 3-62828 A (Victor Company of Japan, Limited), 18 March, 1991 (18.03.91), Claims & DE 4023933 A & US 5116547 A	1-25

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ C08J3/22, C08L101/00, C08K5/00, G11B7/24

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ C08J3/00-3/28, C08L1/00-101/16, G11B7/24

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2001年
 日本国実用新案登録公報 1996-2001年
 日本国登録実用新案公報 1994-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI/L

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
PX	JP 2000-302953 A (帝人株式会社) 31. 10 月. 2000 (31. 10. 00) 特許請求の範囲及び【0057】 (ファミリーなし)	1-11, 20
PA	JP 2000-344897 A (住化カラー株式会社) 12. 12月. 2000 (12. 12. 00) 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-25

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」口頭による開示、使用、展示等に関する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

27. 07. 01

国際調査報告の発送日

07.08.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

吉澤 英一

4 J 9543

電話番号 03-3581-1101 内線 3493

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
PA	J P 2000-273185 A (帝人化成株式会社) 3. 10 月. 2000 (03. 10. 00) 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-25
X	US 4731400 A (MITSUI PETROCHEM IND CO LTD) 1 5. 3月. 1988 (15. 03. 88) 特許請求の範囲及び実施例&AU 8551394 A&EP 1 91240 A&JP 61-268744 A&DE 3587 289 T2	1-11, 14-20
A	J P 10-1572 A (大日本インキ化学工業株式会社) 6. 1月. 1998 (06. 01. 98) 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-25
A	J P 6-145490 A (三菱瓦斯化学株式会社) 24. 5 月. 1994 (24. 05. 94) 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-25
A	J P 5-505635 A (ヘキスト・イタリア・ソシエタ・ベ ル・アチオニ) 19. 8月. 1993 (19. 08. 93) 特許請求の範囲&WO 91/13931 A&EP 51999 3 A&IT 124061 B&DE 59105673 T2 &ES 2074712 T3	1-25
A	J P 3-62828 A (日本ビクター株式会社) 18. 3月. 1991 (18. 03. 91) 特許請求の範囲&DE 4023933 A&US 511654 7 A	1-25